

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **62125537 A**

(43) Date of publication of application: **06.06.87**

(51) Int. Cl

**G11B 5/84**

(21) Application number: **60265221**

(22) Date of filing: **26.11.85**

(71) Applicant: **MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD**

(72) Inventor: **HATANAKA HIDEO  
MATSUTANI SHINYA**

**(54) PRODUCTION OF MAGNETIC RECORDING MEDIUM**

(57) Abstract:

PURPOSE: To produce easily and completely a magnetic recording medium having high driving performance, high durability, etc., by applying simultaneously the calender processes of both a magnetic layer and a back layer and setting surface roughness of both layers at a prescribed level by curing the coated films with irradiation of radiant rays.

CONSTITUTION: The calender processes are applied simultaneously to a magnetic layer containing the magnetic powder and a binder cured with irradiation of

radiant rays formed on a primary side of a nonmagnetic supporter and to a back coat layer containing a nonmagnetic filler and an agent cured with irradiation of radiant rays formed on the other primary side of the nonmagnetic supporter. At the same time, these two layers are cured instantaneously with irradiation of radiant rays. Thus it is possible to obtain easily and completely a magnetic recording medium which has high driving performance and durability in accordance with the smoothness that satisfies  $R_{21} < R_{22} < R_{23}$  among those roughnesses  $R_{21}$ ,  $R_{22}$  and  $R_{23}$  of the magnetic layer, the nonmagnetic supporter and the back coat layer respectively.

COPYRIGHT: (C)1987,JPO&Japio

## ⑫ 公開特許公報(A)

昭62-125537

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和62年(1987)6月6日

G 11 B 5/84

A-7314-5D  
B-7314-5D

審査請求 未請求 発明の数 1 (全9頁)

⑮ 発明の名称 磁気記録媒体の製造方法

⑯ 特 願 昭60-265221

⑰ 出 願 昭60(1985)11月26日

⑱ 発 明 者 畠 中 秀 夫 門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内

⑲ 発 明 者 松 谷 伸 哉 門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内

⑳ 出 願 人 松下電器産業株式会社 門真市大字門真1006番地

㉑ 代 理 人 弁理士 中尾 敏男 外1名

## 明 細 書

## 1、発明の名称

磁気記録媒体の製造方法

## 2、特許請求の範囲

(1) 非磁性支持体の一方の主面上に、磁性粉と放射線硬化性結合剤を含んでなる磁性層が、他方の主面上には非磁性充填剤と放射線硬化性を含んでなるバックコート層がそれぞれ設けられた磁気記録媒体の製造方法において、磁性層とバックコート層のカレンダ処理を同時に施しながら放射線照射による塗膜硬化を行い、磁性層、非磁性支持体およびバックコート層の表面粗さ(それぞれ $R_{a1}$ 、 $R_{a2}$ 、 $R_{a3}$ とする)の関係を下式：

$$(R_{a1} \leq R_{a2} < R_{a3})$$

としたことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

(2) カレンダ処理時に、磁性層表面が金属ロールに、バックコート層表面が弾性ロールにそれぞれ接する形で同時処理を施されたことを特徴と

する特許請求の範囲第(1)項記載の磁気記録媒体の製造方法。

## 3、発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は、オーディオ、ビデオ機器あるいはコンピュータ等に用いる磁気テープ、磁気ディスク等の磁気記録媒体に関するもので、特に非磁性支持体ならびにバックコート層(以下、バック層と略称)の表面性の影響を殆ど受けることのない磁性層と極めて走行耐久性に優れたバック層を具備した磁気記録媒体の製造方法に関する。

従来の技術

近年、上記の各磁気記録媒体は高密度記録に向い、そのために記録波長は短く、記録トラック幅は狭く、記録媒体厚は薄くという方向にある。その結果、再生出力、S/N比等の電磁変換特性は一般に不利になる。この対策として、短波長記録時の再生出力低下につながる磁気記録媒体と磁気ヘッドとの間隔損失をできるだけ減少させるために磁性層表面は一層高平滑にしなければならない

ってきている。更に、従来の磁気記録媒体は主として磁性層の耐久性改善の目的から熱硬化型磁性塗料を非磁性支持体上に塗布後、熱処理を加えて得られていたことから、磁性層の表面性を向上させるためには磁性層の形成される非磁性支持体の表面性も磁性層の表面性と同等もしくはそれ以上のものを用いなければならなかった。すなわち、磁性塗料を非磁性支持体上に塗布後巻き取った状態で、比較的長時間の熱処理（磁性層の熱硬化）を行っている間に磁性層の表面性が非磁性支持体の表面性の影響をうけてしまう、いわゆる裏写り現象が生じるからである。しかしながら、表面性の優れた非磁性支持体を用いた場合には、先ず、非磁性支持体自身の摩擦係数が大となり、磁性層形成工程でのトラブル（例えば非磁性支持体搬送時の蛇行、シワ発生等）が生じ易かった他、磁性層形成後の磁気記録媒体、例えばビデオテープにおいても走行時の摩擦係数が大であり、出力変動の発生やテープの走行耐久性の低下等を招く原因となっていた。前者の磁性層形成工程でのトラブ

はそれと同等もしくはそれ以上の表面平滑性を有する非磁性支持体を用いなければならず、生産性、コスト面でも非常に不利になっていた。以上のような不具合さを解消するため、磁性層、バック層中の結合剤を従来の熱硬化性のものから放射線硬化性のものに置き換えることも既に提案されている。（例えば、特開昭57-195330号公報、特開昭57-200937号公報、特開昭59-191135号公報など）しかしながら、このようなバック層においても繰り返し使用に耐え得る十分な耐久性を有するものは未だ得られていないのが実情である。

一方、バック層の表面性の調整および耐久性向上策としてバック層のカレンジ処理に関する提案も既になされている。（特開昭59-5428号公報中の実施例、特開昭60-57529号公報中の実施例、特開昭60-179939～179941号公報など）しかしながら、いずれの場合においてもバック層のカレンジ処理は、磁性層のカレンジ処理と同時期には行われておらず、

ルの改善策としては、非磁性支持体表面の表面粗さ、滑り性等を変えた例（例えば特開53-128683号公報、特開昭54-73877号公報、特開60-133528号公報など）があり、後者の磁気記録媒体としての走行耐久性の改善策としては、既に、非磁性支持体上の磁性層とは反対面に、結合剤中に分散された充填剤を含み、適度の表面性を有するバック層を設けることが提案されている。（例えば特開昭57-50327号公報、特開昭57-208635号公報、特開昭58-37840号公報、特開昭59-14125号公報など）

#### 発明が解決しようとする問題点

従来の熱硬化型磁性層、更にはバック層の形成された磁気記録媒体においては、電磁変換特性と走行耐久性を同時に向上させるのは難しかった。すなわち、十分に熱硬化処理のなされた磁性層であっても、バック層の熱硬化処理の段階で、ある程度の裏写り現象は防ぎ難いからである。更に、上述したごとく高平滑性を有する磁性層の形成に

磁性層とバック層（順不動）のカレンジの2回処理が通例となっている。しかも、従来例においては1回目のカレンジ処理を終えた塗膜（通常は磁性層）は硬化処理がなされているため、2回目のカレンジ処理による塗膜の劣化（塗膜面の傷、剥離など）を生じやすい傾向にあった。

#### 問題点を解決するための手段

本発明は、非磁性支持体の一方の主面上に、磁性粉と放射線硬化性結合剤を含んでなる磁性層が、他方の主面上には非磁性充填剤と放射線硬化性結合剤を含んでなるバック層がそれぞれ設けられた磁気記録媒体において、磁性層とバック層に同時にカレンジ処理を施しながら放射線照射による塗膜硬化を行うことにより、上記問題を解決した磁気記録媒体の製造方法を提供するものである。

#### 作用

本発明者は、鋭意研究の結果、非磁性支持体の一方の主面上に磁性粉と放射線硬化性結合剤を含んでなる磁性層が、他方の主面上には非磁性充填剤と放射線硬化性結合剤を含んでなるバック層

がそれぞれ設けられた磁気記録媒体において、磁性層とバック層のカレンダ処理を同時に施しながら放射線照射による塗膜硬化を行うことにより、非磁性支持体ならびにバック層の表面性の影響を殆んど受けることなく平滑性に優れた磁性層の形成と極めて走行耐久性に優れたバック層の形成が可能となることを見出した。すなわち、上述のごとく放射線硬化性塗膜は従来の熱硬化性塗膜の場合とは異なり、塗膜の硬化が瞬時に行えることから、非磁性支持体上の塗膜硬化を終えた後の試料巻き取りが可能であること、これにバック層の耐久性向上を目的としたカレンダ処理を磁性層のカレンダ処理と同時に言いながら放射線照射により塗膜を硬化せしめる方法を組み合わせたものである。その結果、取扱い性、更には価格面でも有利な比較的表面粗さの大きい非磁性支持体を用いても、カレンダ処理後の磁性層の表面粗さが非磁性支持体のそれよりも小さな表面平滑性に優れた磁性層の形成、ならびに非磁性支持体より粗い表面性を有する走行安定性、走行耐久性に優れたバ

化をバック層には走行安定性、走行耐久性の付与を主たる目的としており、特にバック層の弾性ロールによるカレンダ処理はこの目的に対し効果的になっている。

本発明で用い得る弾性ロールの種類としては、コットンロール、フィルムマッテリーロール等の繊維ロール、ナイロンロール、エポキシロール等のプラスチックロール、ゴムロール等がある。

#### 実施例

次に本発明の磁気記録媒体についてその製造方法を磁気テープを例として説明する。

本発明で用いられる放射線硬化性結合剤は、基本的には放射線硬化可能な不飽和二重結合を有する化合物であればよいが、一般には熱可塑性樹脂を放射線感応変性したものを用いられる。放射線感応変性の具体例としては、ラジカル重合性を有する不飽和二重結合を示すアクリル酸、メタアクリル酸あるいはそれらのエステル化合物のような(メタ)アクリル系二重結合やマレイン酸、マレイン酸誘導体の二重結合等の放射線照射による架

ック層の形成が可能となったのみならず、磁性層、バック層のカレンダ処理が両面共に未硬化段階で且つ1回の処理で達成されているために、従来例のように既にカレンダ、硬化を終えた塗膜面(例えば磁性層)が裏面(例えばバック層)のカレンダ処理の際に影影響を受けるようなことも全くない。

なお、非磁性支持体上への磁性層およびバック層の形成(塗布)は、本発明の主旨から明らかなように、同時あるいは交互のどちらの方法でもよい。

ここでいうカレンダ処理とは、加熱した金属ロールと弾性ロールとの間を加圧状態で試料を通過させ、試料の表面平滑性を向上させる処理方法を指しているが、本発明における同時カレンダ処理においては、磁性層表面が金属ロールに、バック層表面が弾性ロールにそれぞれ接する形で行うのが良い。その理由としては、磁性層、バック層それぞれに対するカレンダ処理の目的が異なるためである。すなわち、磁性層には塗膜表面の高平滑

性あるいは重合する反応性基を分子中に導入することである。その他放射線照射により架橋あるいは重合する不飽和二重結合であれば用いることができる。

放射線硬化性結合剤に変性できる熱可塑性樹脂を以下に示す。

#### (1) 塩化ビニル系共重合体

放射線硬化性バインダーに変性できる塩化ビニル系共重合体としては、塩化ビニル・酢酸ビニル・ビニルアルコール共重合体、塩化ビニル・ビニルアルコール共重合体、塩化ビニル・酢酸ビニル・マレイン酸共重合体、塩化ビニル・酢酸ビニル・末端OH側鎖アルキル基共重合体(例えば、UCC社VROH、VERR等)等が挙げられる。

上記共重合体を放射線硬化性バインダーに変性する方法の一例としては、共重合体中に含まれる水酸基やカルボキシル基と(メタ)アクリル酸系化合物やイソシアネート基含有(メタ)アクリル酸系化合物とのエステル化あるいはウ

レタン化反応が挙げられる。

以下の熱可塑性樹脂についても概ねこれと同様にして放射線硬化性バインダーに変性することができる。

## (2) ポリエステル樹脂

フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、マレイン酸、フマル酸、コハク酸、アジピン酸、セバシン酸のような多塩基酸とエチレングリコール、ジエチレングリコール、グリセリン、トリメチロールプロパン、プロピレングリコール、ブタンジオール、ヘキサジオール、ペンタエリスリット、ソルビトール、グリセリンのような多価アルコールとのエステル化反応により得られる水酸基含有ポリエステル樹脂が挙げられる。

## (3) ポリウレタン樹脂

上記(2)のポリエステル樹脂を種々のジイソシアネート化合物、例えばトリレンジイソシアネート(TDI)、ジフェニルメタン4,4'-ジイソシアネート(MDI)、イソホロンジイソ

シアネート(IPDI)あるいはヘキサメチレンジイソシアネート(HMDI)などを用いてウレタン化された水酸基含有ポリウレタン樹脂が挙げられる。

## (4) 繊維系樹脂

セルロースアセテートブチレート、ニトロセルロース、エチルセルロース、アセチルセルロース、ブチルセルロース等の水酸基含有繊維系樹脂が挙げられる。

(その他)

上記以外の水酸基含有樹脂、例えばエポキシ樹脂、フェノキシ樹脂、ブチラール樹脂等も容易に放射線硬化性バインダーに変性することができる。

上記放射線硬化性結合剤は単独もしくは複数種の組み合わせで用いることができるが、必要に応じて熱可塑性樹脂との併用を行っても差し支えない。

本発明において使用される非磁性支持体材質としては、ポリエチレンテレフタレートのような

なポリエステル；ポリエチレン、ポリプロピレン等のポリオレフィン、セルローストリアセテート、セルロースジアセテート等のセルロース誘導体；ポリカーボネート；ポリ塩化ビニル；ポリイミド；芳香族ポリアミド等がある。

非磁性支持体上への磁性層およびバック層の形成は、同時塗布、もしくは順次塗布のいずれであってもよい。磁性層の形成は、上記放射線硬化性樹脂（及び熱可塑性樹脂）と磁性粉末及び有機溶剤、それに必要に応じて使用される添加剤（研磨剤、帯電防止剤、分散剤、潤滑剤等）からなる磁性塗料をポリエステルフィルムなどの非磁性支持体上に塗布、乾燥及び磁場配向処理等を行うことによって成される。バック層の形成は、上記放射線硬化性樹脂（及び熱可塑性樹脂）と非磁性粉末及び有機溶剤、それに必要に応じて使用される添加剤（分散剤、潤滑剤等）からなる塗料を、磁性塗料同様非磁性支持体上に塗布、乾燥を行うことによって成される。非磁性支持体上への磁性層およびバック層の形成

を同時もしくは交互に行なった後、磁性層表面が金属ロールに、バック層表面が弾性ロールにそれぞれ接する形で同時カレンダー処理を施しながら放射線照射により両層の硬化を行い、しかる後に試料の巻き取りを行う。

磁性層の形成で使用される磁性粉末としては、 $r-Fe_2O_3$ 、 $FeO_x$  ( $1.33 < x < 1.5$ )、 $CrO_2$ 、 $Co$  添加  $r-Fe_2O_3$ 、 $Co$  添加  $FeO_x$  ( $1.33 < x < 1.5$ )、平板状  $Ba$  フェライト、 $Fe-Co-Ni$  系合金粉末、 $Fe-Zn$  系合金粉末等がある。

研磨剤としては、 $Cr_2O_3$ 、 $\alpha-Al_2O_3$ 、 $\alpha-Fe_2O_3$ 、 $SiC$ 、 $TiO_x$  ( $x=1$ 又は $2$ )等の高硬度微粉末がある。帯電防止剤としては、カーボンブラック、グラファイト等の無機粒子の他、有機帯電防止剤がある。分散剤としては、高級脂肪酸、磷酸エステル、アルキルベンゼンスルホン酸ソーダ等がある。潤滑剤としては、シリコン油、フッ素油、高級脂肪酸エステル等がある。

バック層の形成で使用される非磁性粉末としては、カーボンブラック、グラファイト、 $\text{CaCO}_3$ 、 $\text{BaSO}_4$ 、 $\text{ZnO}$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ などの無機質粉末があり、一種もしくは二種以上組み合わせて使用することができる。更に必要に応じて使用される少量添加剤（分散剤、潤滑剤等）については、それぞれ磁性層の形成で用いたものと同様のものを使用することができる。

上記磁性塗料およびバック層用塗料の有機溶剤としては、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、トルエン、シクロヘキサノン、酢酸エチル、酢酸ブチル等が使用される。

磁性塗料およびバック層用塗料の混練分散にあたっては各種の混練機が使用される。例えば三本ロールミル、アトライタ、高速ストーンミル、ボールミル、アジテータミル、ペブルミル、サンドグライNDER、高速ミキサー、ホモジナイザー、超音波分散機、高速インペラー、加圧ニーダーなどが単独もしくは組み合わせて用い

られる。

本発明において磁性層及びバック層の硬化のために使用される放射線としては、電子線加速器を線源とした電子線、 $\text{CO}^{60}$ を線源とした $\beta$ -線、X線発生器を線源としたX線等が使用される。特に照射線源としては吸収線量の制御、製造工程ラインへの導入、電離放射線の遮蔽等の見地から、電子線加速器による電子線硬化法が有利である。電子線加速器の具体例としては、米国エナジーサイエンス社にて製造されている低線量タイプの電子線加速器（エレクトロカーテンシステム）や日新ハイボルテージ社製のスキニング型低線量タイプの電子線加速器等がある。

また、放射線架橋に際しては、 $\text{N}_2$ ガス、 $\text{H}_2$ ガス、 $\text{CO}_2$ ガス等の不活性ガス気流中で放射線を磁性層に照射することが有効である。空気中での放射線照射は、バインダー中に生じたラジカルが酸素あるいは放射線照射により生じたオゾン等の影響でバインダーの重合、硬化

が阻害されるため好ましくない。

以下、本発明の実施例について具体的に説明する。なお実施例で述べている成分の部数はすべて重量部を示すものとする。

#### (実施例1)

##### ○磁性層用塗料(M1)の調製；

・強磁性 $\text{Co}$ 被着 $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$

$$\left[ \begin{array}{l} \text{BET比表面積} = 40 \text{ m}^2 / \text{g} \\ \text{Hc} = 650 \text{ Oe} \\ \sigma_s = 75 \text{ emu} / \text{g} \end{array} \right] \quad \cdots 100 \text{ 部}$$

長軸 $0.25 \mu\text{m}$ 、短軸 $0.04 \mu\text{m}$

・分子内にメタアクリル基を有するポリウレタン樹脂

(平均分子量、約1万；メタアクリル基含有量—約2ヶ／分子)  $\cdots 12$ 部

・塩ビ・酢ビ・ビニルアルコール共重合体  $\cdots 8$ 部

・ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 粉末(平均粒径 $=0.3 \mu\text{m}$ )  $\cdots 5$ 部

・カーボンブラック(平均粒径 $=50 \mu\text{m}$ )  $\cdots 3$ 部

・大豆油レシチン  $\cdots 1$ 部

・ミリスチン酸  $\cdots 1$ 部

・ステアリン酸ブチル  $\cdots 1$ 部

・混合溶剤(MEK/トルエン/シクロヘキサノン=1/1/1)  $\cdots 300$ 部

上記組成物を加圧ニーダーとサンドグライNDERを用いて混練分散を行い、得られた磁性塗料を平均孔径 $1 \mu\text{m}$ のフィルターで濾過して磁性層用塗料(M1)を準備した。

##### ○バック層用塗料の調製(B1)；

・カーボンブラック(平均粒径 $=60 \mu\text{m}$ )  $\cdots 20$ 部

・炭酸カルシウム(平均粒径 $=70 \mu\text{m}$ )  $\cdots 20$ 部

・硫酸バリウム(平均粒径 $=100 \mu\text{m}$ )  $\cdots 10$ 部

・アクリル変性ポリウレタンエラストマー

(平均分子量6000、アクリル基含有量=3.2ヶ／分子)  $\cdots 25$ 部

・塩化ビニル・酢酸ビニル・ビニルアルコール共重合体  $\cdots 25$ 部

・ステアリン酸ブチル  $\cdots 1$ 部

・混合溶剤(MEK/トルエン/シクロヘキサノン=2/2/1)  $\cdots 350$ 部

上記組成物をボールミルで24時間混合分散し

て混練物を取り出し、平均孔径 $3\mu\text{m}$ のフィルターで濾過してバック層用塗料(B1)を準備した。

次に、上記磁性塗料(M1)を $14.5\mu\text{m}$ 厚のポリエステルフィルム(表面粗さ $0.018\mu\text{m}$ )上に塗布。磁場配向、乾燥処理を施し、磁性層の形成を行った。次にこのポリエステルフィルム上の磁性層面とは反対面に、上記バック層用塗料(B1)を塗布。乾燥処理を施し磁気テープ原反の準備を行った。この磁気テープ原反を磁性層の表面が金属ロールに、バック層表面が弾性ロールに接する形でカレンダー処理を施しながら、磁気テープ原反に電子線照射を行い、磁性層、バック層を硬化させながら磁気テープ原反の巻き取りを行った。これを $1/2$ インチ幅に裁断してビデオテープ試料(250m長、磁性層厚さ $4.8\mu\text{m}$ 、バック層厚さ $0.7\mu\text{m}$ )を作成した。

(カレンダー処理条件)

温度 $80^\circ\text{C}$ 、線圧 $150\text{kg}/\text{cm}$ 、段数5段、処理速度 $30\text{m}/\text{min}$

(電子線照射条件)

ノン=1/1/1) …300部

上記組成物を加圧ニーダーとサンドグラインダを用いて混練分散を行ない、得られた混練物を平均孔径 $1\mu\text{m}$ のフィルターでろ過して磁性層用塗料(M2)を準備した。

○バック層用塗料(B2)の調製:

- ・カーボンブラック(平均粒径 $=50\mu\text{m}$ ) …50部
- ・ $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  粉末(平均粒径 $=0.2\mu\text{m}$ ) …2部
- ・メタアクリル変性ポリウレタン樹脂  
(平均分子量、約1.5万;メタアクリル基含有量、約2ヶ/分子) …30部
- ・ニトロセルロース樹脂 …20部
- ・大豆油レシチン …1部
- ・混合溶剤(MEK/トルエン/シクロヘキサノン=2/2/1) …350部

上記組成物をボールミルで24時間混合分散して混練物を取り出し、平均孔径 $3\mu\text{m}$ のフィルターで濾過してバック層用塗料(B2)を準備した。次に、上記バック層用塗料(B2)を $10.0$

エレクトロカーテン型電子線照射装置を使用、加速電圧 $170\text{kV}$ 、吸収線量 $6\text{Mrad}$ 、 $\text{N}_2$ 雰囲気中( $\text{O}_2$ 濃度、約 $200\text{ppm}$ )

(実施例2)

○磁性層用塗料(M2)の調製:

・Fe-Co-Ni合金(組成比=85:10:5)

BET比表面積 $=59\text{m}^2/\text{g}$   
 $\text{Hc}=1500\text{Oe}$ 、 $\sigma_s=128\text{emu/g}$  …100部  
 長軸 $0.28\mu\text{m}$ 、短軸 $0.03\mu\text{m}$

・メタアクリル変性ポリウレタン樹脂

(平均分子量、約1.5万;メタアクリル基含有量、約2ヶ/分子) …10部

・アクリル変性塩化ビニル・酢酸ビニル・マレイン酸共重合体 …10部

・ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  粉末(平均粒径 $=0.3\mu\text{m}$ ) …5部

・カーボンブラック(平均粒径 $=30\mu\text{m}$ ) …1部

・オレイン酸 …1部

・パルミチン酸ブチル …1部

・混合溶剤(MEK/トルエン/シクロヘキサ

$\mu\text{m}$ 厚のポリエステルフィルム(表面粗さ

$0.013\mu\text{m}$ )上に塗布。乾燥処理を施し、磁性塗料塗布用原反の準備を行った。次に、この原反上のバック層面とは反対面に上記磁性塗料

(M2)を塗布。磁場配向、乾燥処理を行いながら磁性層の表面が金属ロールに、バック層表面が弾性ロールに接する形でカレンダー処理、次いで電子線照射を連続して行い、磁性層、バック層を硬化させた後、磁気テープ原反の巻き取りを行った。これを $1/2$ インチ幅に裁断してビデオテープ試料(250m長、磁性層厚さ $3.5\mu\text{m}$ 、バック層厚さ $0.7\mu\text{m}$ )を作成した。

(カレンダー処理条件)

温度 $80^\circ\text{C}$ 、線圧 $200\text{kg}/\text{cm}$ 、段数5段、処理速度 $25\text{m}/\text{min}$

(電子線照射条件)

エレクトロカーテン型電子線照射装置を使用、加速電圧 $170\text{kV}$ 、吸収線量 $7\text{Mrad}$ 、 $\text{N}_2$ 雰囲気中( $\text{O}_2$ 濃度、約 $100\text{ppm}$ )  
 (実施例3)

実施例2と全く同様にして調製しておいた磁性層用塗料〔M2〕を7.5 $\mu$ m厚のポリエステルフィルム(表面粗さ0.013 $\mu$ m)上に塗布、磁場配向、乾燥処理を施し磁気テープ原反の準備を行った。この原反上の磁性層面とは反対面に、同じく実施例1と全く同様にして調製しておいたバック層用塗料〔B1〕を塗布、乾燥処理を行いながら磁性層の表面が金属ロールに、バック層表面が弾性ロールに接する形でカレンダ処理、次いで電子線照射を連続して行い、磁性層、バック層を硬化させた後、磁気テープ原反の巻き取りを行った。これを1/2インチ幅に裁断してビデオテープ試料(250m長、磁性層厚さ3.0 $\mu$ m、バック層厚さ0.7 $\mu$ m)を作成した。カレンダ処理条件、電子線照射条件は実施例1と全く同様にして行った。

#### (比較例1)

実施例1と全く同様にして調製しておいた磁性層用塗料〔M1〕を14.5 $\mu$ m厚のポリエステルフィルム(表面粗さ0.018 $\mu$ m)上に塗布、

#### (カレンダ処理条件)

温度70℃、線圧100kg/cm、段数3段、処理速度30m/min

#### (電子線照射条件)

エレクトロカーテン型電子線照射装置を使用、加速電圧170kV、吸収線量5Mrad、N<sub>2</sub>雰囲気中(O<sub>2</sub>濃度、約200ppm)

#### (比較例2)

実施例2と全く同様にして調製しておいたバック層用塗料〔B2〕を10.0 $\mu$ m厚のポリエステルフィルム(表面粗さ0.013 $\mu$ m)上に塗布、乾燥処理を行いながらバック層の表面が金属ロールに、もう一方の面が弾性ロールにそれぞれ接する形でカレンダ処理、次いで電子線照射を行いながら磁性層塗布用原反の準備を行った。

#### (カレンダ処理条件)

温度70℃、線圧100kg/cm、段数3段、処理速度30m/min

#### (電子線照射条件)

エレクトロカーテン型電子線照射装置を使用、

磁場配向、乾燥処理を行い、次いでカレンダ処理、電子線照射を連続して行って磁気テープ原反を得た。

#### (カレンダ処理条件)

温度80℃、線圧150kg/cm、段数5段、処理速度30m/min

#### (電子線照射条件)

エレクトロカーテン型電子線照射装置を使用、加速電圧170kV、吸収線量4Mrad、N<sub>2</sub>雰囲気中(O<sub>2</sub>濃度、約200ppm)

この磁気テープ原反の磁性層面とは反対面に、同じく実施例1と全く同様にして調製しておいたバック層用塗料〔B1〕を塗布、乾燥処理を行いながらバック層の表面が金属ロールに、磁性層表面が弾性ロールにそれぞれ接する形でカレンダ処理、次いで電子線照射を行いながら磁気テープ原反の巻き取りを行った。これを1/2インチ幅に裁断してビデオテープ試料(250m長、磁性層厚さ4.8 $\mu$ m、バック層厚さ0.7 $\mu$ m)を作成した。

加速電圧170kV、吸収線量5Mrad、N<sub>2</sub>雰囲気中(O<sub>2</sub>濃度、約200ppm)

次に、この原反上のバック層面とは反対面に、同じく実施例2と全く同様にして調製しておいた磁性層用塗料〔M2〕を塗布、磁場配向、乾燥処理を行いながら磁性層の表面が金属ロールに、バック層表面が弾性ロールに接する形でカレンダ処理、次いで電子線照射を連続して行いながら磁気テープ原反の巻き取りを行った。これを1/2インチ幅に裁断してビデオテープ試料(250m長、磁性層厚さ3.5 $\mu$ m、バック層厚さ0.7 $\mu$ m)を作成した。

#### (カレンダ処理条件)

温度80℃、線圧200kg/cm、段数5段、処理速度25m/min

#### (電子線照射条件)

エレクトロカーテン型電子線照射装置を使用、加速電圧170kV、吸収線量7Mrad、N<sub>2</sub>雰囲気中(O<sub>2</sub>濃度、約100ppm)

#### (比較例3)



バック層のカレンダ処理を省いた他は、比較例1と全く同様にしてビデオテープ試料(250m長、磁性層厚さ4.8 $\mu$ m、バック層厚さ0.7 $\mu$ m)を作成した。

(カレンダ処理条件)

温度80℃、線圧150kg/cm、段数5段、処理速度30m/min

(電子線照射条件)

エレクトロカーテン型電子線照射装置を使用、  
加速電圧170kV、吸収線量6Mrad、  
N<sub>2</sub>雰囲気中(O<sub>2</sub>濃度、約200ppm)

(比較例4)

○磁性層用塗料(M3)の調製:

・Fe-Co-Ni合金(組成比85:10:5)

BET比表面積=5.9m<sup>2</sup>/g  
Hc=1500Oe  
 $\sigma_s=128emu/g$   
長軸0.28 $\mu$ m、短軸0.03 $\mu$ m

・ポリウレタン樹脂

(カレンダ処理条件)

温度80℃、線圧150kg/cm、段数5段、処理速度30m/min

(熱処理条件)

70℃、20時間

この磁気テープ原反の磁性層面とは反対面に、実施例2と全く同様にして調製しておいたバック層用塗料(B2)を塗布、乾燥処理を行いながら、バック層の表面が金属ロールに、磁性層表面が弾性ロールにそれぞれ接する形でカレンダ処理、次いで電子線照射を行いながら磁気テープ原反の巻き取りを行った。これを1/2インチ幅に裁断してビデオテープ試料(250m長、磁性層厚さ3.0 $\mu$ m、バック層厚さ0.7 $\mu$ m)を作成した。

(カレンダ処理条件)

温度70℃、線圧100kg/cm、段数3段、処理速度30m/min

(電子線照射条件)

エレクトロカーテン型電子線照射装置を使

・塩ビ・酢ビ・ビニルアルコール共重合体

…10部

・ $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>粉末(平均粒径=0.3 $\mu$ m)…5部

・カーボンブラック(平均粒径=50 $\mu$ m)…3部

・大豆油レシテン…1部

・ミリスチン酸…1部

・ステアリン酸ブチル…1部

・混合溶剤(MEK/トルエン/シクロヘキサノン=1/1/1)…300部

上記組成物を加圧ニーダーとサンドグラインダを用いて混練分散を行った後、ポリイソシアネート化合物を6部添加混合して得られた混練物を平均孔径1 $\mu$ mのフィルターで濾過して磁性層用塗料(M3)を準備した。

上記磁性塗料(M3)を7.5 $\mu$ m厚のポリエステルフィルム(表面粗さ0.013 $\mu$ m)上に塗布、磁場配向、乾燥処理、次いでカレンダ処理を施しながら試料巻き取りを行った。得られた磁気テープ原反に熱処理を施し、バック層塗布用の磁気テープ原反を作成した。

用加速電圧170kV、吸収線量6Mrad、

N<sub>2</sub>雰囲気中(O<sub>2</sub>濃度、約200ppm)

(比較例5)

比較例4で用いた7.5 $\mu$ m厚のポリエステルフィルムの表面粗さが0.013 $\mu$ mのものから0.008 $\mu$ mのものに置き換えた他は、比較例1と全く同様の方法でビデオテープ試料の作成を試みたが、磁性層塗布、乾燥後のカレンダ処理工程中にフィルムにシワが入ったため、実験を中止した。なお、カレンダ処理済みの磁気テープ原反の熱処理(70℃、20時間)後の表面粗さは0.009 $\mu$ mだった。

以上の各実施例及び比較例で得られた磁気テープ試料について、それぞれ以下に示す評価試験をおこなった。

(i) 表面粗さ

磁性層、バック層及び非磁性支持体の表面粗さは、テラー-ホブソン社製タリステップ触針型表面粗さ計を用いて測定した。値は粗さチャートにおける中心線平均粗さを指し、カ

ットオフ値は0.25mmである。

#### 図 C/N

各試料テープをカセットハーフに巻き込んで4MHzにおけるC/Nを測定した。  
C/N測定用ビデオテープレコーダ(VTR)には、VHS方式VTR(松下電器産業製、NV-8200)を使用した。但し、合金磁性微粉末を用いた試料テープ(実施例2及び比較例2)については、前記VTRの記録再生ヘッドをセンダスト合金に取り替えた後、5MHzにおけるC/N測定を行っている。標準テープとしては、スーパーHG120(松下電器産業製、NVT-120HG)を用いた。

#### 図 ドロップアウト数

図と同一のVTR(NV-8200)を用い、映像再生信号の瞬間的な欠落(15μsec、16dB)をドロップアウトカウンタで観測し、1分間あたりの平均値を示した。

#### (4) 虫食い減磁

図と同一のVTR(NV-8200)を用い、映像再生信号のエンベロープをオシロスコープで観測し、3dB以上の欠落の本数を数えた。

各磁気テープ試料それぞれの評価試験結果を次表に示す。

(以下余白)

表 1

試料	表面粗さ(μm)			C/N(dB)	100カ/分(ケ/分)		テープ走行テンション(N)		備考
	磁性層	非磁性支持体	バック層		初期	百回後	初期	百回後	
実施例1	0.012	0.018	0.062	+0.6	6	8	1.8	1.9	
実施例2	0.010	0.013	0.058	+5.0 (e)	7	10	2.1	2.1	
実施例3	0.009	0.013	0.065	+5.5 (e)	9	11	2.3	2.4	
比較例1	0.011	0.018	0.069	+0.4	30	62	1.8	2.3	磁性層硬化後のカレンダが顕著
比較例2	0.010	0.013	0.055	+5.6 (e)	12	21	2.1	2.2	バック層硬化後のカレンダが顕著
比較例3	0.012	0.018	0.078	+0.5	7	31	1.7	2.1	百パス後バック層剥離有り
比較例4	0.013	0.013	0.061	+3.2 (e)	8	12	2.0	2.1	磁性層の脱磁処理中の表面性低下
比較例5	0.009	0.008	—	— (e)	—	—	—	—	磁性層のカレンダ処理中にシワ発生(非磁性支持体の走行不良)

(c) 合金磁性微粉末使用ビデオテープ

#### 発明の効果

上表から明らかなように、非磁性支持体の一方の主面上に、磁性粉と放射線硬化性結合剤を含んでなる磁性層が、他方の主面上には非磁性充填剤と放射線硬化性を含んでなるバックコート層がそれぞれ設けられた磁気記録媒体において、磁性層とバックコート層のカレンダ処理を同時に施しながら放射線照射することにより、カレンダ処理後の磁性層の表面粗さが非磁性支持体のそれよりも小さい平滑性に優れた磁性層の形成と、極めて走行耐久性に優れたバック層の形成が可能となった。本発明は、磁気記録媒体の電磁変換特性及び走行耐久性の向上のみならず、製造工数の削減や歩留り向上面でも大いに効果的であるため、その実用上の価値は大なるものがある。

なお、上記実施例では磁気テープの製造方法について説明をしたが、本発明は磁気テープのみならず、磁気ディスク、磁気カード等の他の磁気記録媒体の製造方法に適用可能であることは言うまでもない。